

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—142801

⑮ Int. Cl.³
 B 01 D 3/14
 C 07 C 7/04
 C 10 G 7/00

識別記号

庁内整理番号
 Z 2126—4D
 7375—4H
 6692—4H

⑯ 公開 昭和59年(1984)8月16日

発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑭ 多数の留分から成る供給物質を蒸留分解する
 ための蒸留塔

⑰ 特 願 昭59—10379

⑱ 出 願 昭59(1984)1月25日

優先権主張 ⑲ 1983年1月26日 ⑳ 西ドイツ
 (DE)㉑ P3302525.8

㉒ 発 明 者 ゲルト・カイベル
 ドイツ連邦共和国6840ラムペル

トハイム1ロベルト-ボシュー
 シュトラッセ4

⑳ 出 願 人 バスフ・アクチエンゲゼルシャ
 フト

ドイツ連邦共和国6700ルードウ
 イッヒスハーフェンカールボッ
 シュストラッセ38

㉓ 代 理 人 弁理士 田代蒸治

明 細 書

1. 発明の名称 多数の留分から成る供給物質を蒸
 留分解するための蒸留塔

2. 特許請求の範囲

(1) 供給位置から蒸留塔に流入する多数の留分
 から成る供給物質を純粋な塔頂留分と、純粋な残留
 分と、塔頂留分と残留分の間の沸点範囲内にあり
 かつ塔頂留分及び残留分による不純物不含である
 か又は実質的に該不純物不含である多数の、有利
 には1種又は2種の中間沸点留分とに蒸留分解す
 るための蒸留塔において、供給位置の下及び／又
 は上の蒸留塔の部分範囲に液体及び／又は蒸気流
 の横方向混合を阻止するために縦方向に作用する
 分離装置が配置されており、該分離装置が蒸留塔
 を供給物質が流入する供給部分と、中間沸点留分
 が流出する取出部分とに分割し、かつ縦方向に作
 用する分離装置が、取出部分で塔頂留分及び残留
 分による不純物不含の又は実質的に不含の中間沸
 点留分を取出することができる程の数の分離段にわ
 たって配置されていることを特徴とする、多数の

留分から成る供給物質を蒸留分解するための蒸留
 塔。

(2) 充填塔又は充填物を有する塔において、分離
 装置が塔壁間の貫通せる分離板として構成されて
 いる、特許請求の範囲第1項記載の蒸留塔。

(3) 多孔板棚段を有する塔において、塔壁が設け
 られており、その場合分離板の高さが2つの多孔
 板棚段の間の棚段間隔に等しい、特許請求の範囲
 第1項記載の蒸留塔。

(4) 1つ以上の下降管を有する棚段塔において、
 分離装置が塔壁間の貫通せる分離板として構成さ
 れており、それにより個々の棚段間の室内及び下
 降管が分割される、特許請求の範囲第1項記載の
 蒸留塔。

(5) 多数の下降管を有する棚段塔において、分離
 装置が塔壁間の貫通せる分離板として構成されて
 おり、それにより生じる各分室が少なくとも1つ
 の下降管を備えている、特許請求の範囲第1項記
 載の蒸留塔。

(6) 分離装置が熱の透過を低下する材料から製作

されている。特許請求の範囲第1項～第5項のいずれか1項に記載の蒸留塔。

(7)分離装置が熱絶縁作用するように構成されている。特許請求の範囲第1項～第5項のいずれか1項に記載の蒸留塔。

(8)分離装置が加熱及び／又は冷却能力を備えている。特許請求の範囲第1項～第5項のいずれか1項に記載の蒸留塔。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、供給位置から蒸留塔に流入する多数の留分から成る供給物質を純粋な塔頂留分と、純粋な残留分と、塔頂留分と残留分の間の沸点範囲内にありかつ塔頂留分及び残留分による不純物不含有であるか又は実質的に該不純物不含有である多数の、有利には1種又は2種の中間沸点留分とに蒸留分解するための蒸留塔に関する。

n 個の留分から成る物質混合物を連続的に分離する際に、純粋な留分に分解するためには $n - 1$ 回の蒸留工程が必要である。このことが多数の留分から組成された物質混合物においては高い技術

度は達成され得ない。

主塔に側方塔を接続すること、もう1つの分離費用の低下法を提供する。この場合には、側方取出口毎に固有の側方塔が必要である。しかしながら、完全に分離された塔を用いる実施形式に比較すると、各側方取出口のために凝縮器もしくは蒸発器が節約される。

中間留分の純度を高めるためのもう1つの方法は熱力を増大することである、それというのもその際には還流比が高いことに基づき塔の補強部分での側方取出位置における低沸点留分及び塔の追出部分内での側方取出位置における高沸点留分の激しい希釈が生じるからである。しかしながら、この良好な生成物純度は高いエネルギーコストにより甘受されねばならずかつ大抵は経済的理由から排除される。更に、この手段によつては最大のエネルギー量を使用しても中間留分の完全な純度は達成されない。

本発明の課題は、前記欠点を排除することであった。

的費用を必要とする。

工業で例えば精留所において屢々適用される、物質混合物をその留分に連続的に蒸留分離する方法は、蒸留塔（以下塔と略記）による分留法であり、該方法では n 個の留分から成る物質混合物は塔頂留分と、残留分と、 $n - 2$ 個の中間留分とに分解される。この方法によれば確かに純粋な塔頂留分及び純粋な残留分を得ることは可能であるが、しかしながら中間留分は常に不純化されている。塔の補強部分で、中間留分は最初に沸騰する成分で不純化される、それというのも該成分は側方取出位置の傍を搬送されねばならないからである。最も沸騰しやすい成分による不純物の量は、側方取出しを補強部分で液状形で行なうことにより確かに少なく保つことができる。蒸気／液体平衡に相応して、液相は蒸気相よりも少ない最低沸点成分を含有するが、中間留分の完全な純度は決して達成され得ない。このことは同様に塔の追出成分にも当てるが、しかしながら蒸留不可能な物質例えば塩類を別にして、同様に中間留分の完全な純

この課題は、冒頭に記載した形式の蒸留塔において本発明により、供給位置の下及び／又は上の蒸留塔の部分範囲に液体及び／又は蒸気流の横方向混合を阻止するために縦方向に作用する分離装置が配置されており、該分離装置が蒸留塔を供給物質が流入する供給部分と、中間沸点留分が流出する取出部分とに分割し、かつ縦方向に作用する分離装置が、取出部分で塔頂留分及び残留分による不純物不含有の又は実質的に不含有の中間沸点留分を取出することができる程の数の分離段にわたつて配置されていることにより解決される。

次に図示の実施例につき本発明を詳細に説明する。

第1図によれば、塔1は縦方向に作用する分離装置2によつて供給位置の上下が供給部分3と取出部分4に分割されている。中間沸点物は供給部分からその補強部分及び／又は追出部分を介して留出される。この場合、どの部分を介して中間沸点物を供給部分から留出させるかは任意である。重要なことは供給部分から高沸点物が上向きにか

つ低沸点物が下向きに留出されないことだけであり、このことは脱塔の相応する設計において可能である。この手段により、取出部分の補強部分には高沸点物がかつ取出部分の追出部分には低沸点物が存在しないようになる。従つて、供給位置の高さで但しより高くてもまた低くてもよい取出位置から中間沸点物の純粋な留分を取出することができる。この場合には、通常の側方取出塔とは異なり、中間留分を液状もしくは蒸気状の形で取出すかは重要でない。

第2図から明らかなように、同じ装置で4つの留分から成る物質混合物を4つの純粋な留分に分離することも可能である。この場合には、供給部分5の補強部分は、中間沸点物MS2及び低沸点物SSが上向きには留去され得ないように構成されている。供給部分の追出部分は、低沸点物LS並びに中間沸点物MS1が下向きに分離されるのを阻止する。従つて、取出部分6では、中間沸点物を2つの純粋な留分に分離することができる。

第1図及び第2図に示した2つの実施例は、縦

るのに対して、夫々1つだけの気化器及び凝縮器が必要であるにすぎないことも利点として見なされる。

以下に種々の塔の供給部分の領域内での縦方向分離装置に関して詳細に説明する。例えば縦方向分割は充填塔又は充填体を有する塔においては特に簡単である。この場合には、塔壁間の貫通せる分離板で十分である。多孔板を有する塔の場合には、分離装置は個々の多孔板の間に任意に配置することができる。この場合の前提条件は、2つの多孔板間の中間室が2つの完全に独立したセグメントに分割されることである。夫々下降管を備えた泡籠棚段、バルブトレイ又は多孔板段を有する塔の場合には、分離板を全部の下降管を貫通させることが必要である。寸法が大きいことに基づき多流出式である、すなわち各棚段に2つ以上の下降管を備えた前記の側段の場合には、縦方向分割装置は任意に配置することができる。

このような塔の熱力、分離段数、供給及び側方取出位置の配置並びに縦方向に作用する分離装置

方向に作用する分離装置を使用しかつそれにより達成される塔の供給部分と取出部分との分割における基本原理を示す。この基本原理はもう1つの分離装置を付加することにより拡張することができる、ひいてはまた原理的に任意の多数の純粋な留分への混合物の分解を可能にする。この場合、分離装置の上端及び／又は下端は夫々新たな供給位置に一致する。これらの実施例は第3図及び第4図に示されている。工業的に使用する際には、留分の数は実際に留分の数が増大するにつれ所要分離段の数も増加することにより制限される。また、分離段の数は塔の全高、塔に沿った圧力損失及びひいては歴々高くなりすぎる内部温度に基づき制限される。

このような塔の分離段数はほぼ通常の側方取出塔に相当するが、総分離段数を比較すると、側塔を備えた主塔よりは少なくなる。また、エネルギー需要に関しても、供給部分及び取出部分を有する本発明の塔は側塔を有する塔よりも有利である。更に、側塔が固有の気化器及び凝縮器を必要とす

(分割装置)の設計は、縦方向分割装置を有しない塔におけると同様に計算もしくは経験的に行なうことができる。

1つだけの側方取出位置、及び塔頂及び塔底留分に対して側方取出留分のほぼ同じ大きさの沸点差を有する塔の場合には、供給位置及び取出位置を同じ高さに配置することができる。しかしながら、これらの沸点差が極めて不均等である場合には、供給位置と取出位置を異なつた高さに設けるのが有利である。

分離すべき留分の沸点差が小さくかつ側方留分に対する純度要求が高い場合には、長い分割装置が必要である。分離精度に対する要求が低い場合には、短い分離装置で十分である。場合により供給位置及び取出位置を分離装置の端部に配置することもできる。純度要求が低い場合には、横方向混合の完全なる阻止を放棄し、かつ例えば不完全なシールに基づき液体及び／又は蒸気の横方向混合を極く部分的に抑制する簡単な分離装置を設けることも可能である。

特に充填塔及び充填体を有する塔の場合には、分離すべき留分の沸点差が大きければ、分離装置の構造を、制御されない蒸発ないしは凝縮による液体の分離作用を妨害する不均一分布を阻止するために断熱作用が生じるように構成するのが有利なこともある。分離板の場合には、液分離板を例えば二重壁にして内側に断熱層を設けることができる。場合により分離部材を加熱及び／又は冷却することもできる。

分離装置の形状は多種多様であつてよい。例えば供給部分又は取出部分は同心的内部管として構成されていてもよい。しかしながら、一般に最も簡単な実施例としては平坦な分離板が有利である。大きな直径を有する棚段塔の場合には、分離装置は分離壁が棚段を強化しかつ簡単な構造を可能にするように構成するのが有利である。

縦方向分割装置を有する塔の最適な運転のためには、供給部分及び取出部分での蒸気流及び液体流の各々の分離問題に対して特殊な分配が必要である。この場合、縦方向分割装置の上端における

液体の所望の分配には特別の技術的困難は生じない、それというのも該分配は還流路及び下降路における液体分配に類似して実施することができるからである。

分離装置の下端での蒸気流の分配は供給部分と取出部分の面積比に左右される。蒸留計算から明らかのように、蒸気流の分配は大抵の場合約3:1〜1:3の広い範囲内で変動することができ、しかもその際に留分のエネルギー需要又は純度に関して大した欠点は生じない、それというのも蒸気分配における偏差は縦方向分割装置の上端における液体分配の適当な変更により容易に補償することができるからである。従つて、縦方向分割装置は大抵の場合、塔の横断面積、ひいてはまたそれに近似値的に蒸気流が半割されるように配置することができる。

特殊な手段による蒸気分配の作用は、例えば供給部分と取出部分とにおける流動抵抗が互いに著しくずれている特殊な場合にのみ現われる。このことは例えば種々の分離段数又は種々異なるた圧

力損失を伴う種々の挿入部材（メッシュ充填物、充填体、棚段）が存在する場合に生じる。この場合には、供給部分及び／又は取出部分に流動抵抗に作用する付加的手段、例えば遮断板、絞りフラップ又は液体位置の高さが可変な蒸留棚段を設けるのが有利である。

縦方向分割装置を有する塔の運転には、特別の要求は課せられるべきでない。生成物純度は通常の側方取出塔と同様に塔内の温度を介して制御され、この場合縦方向で分割された塔の場合には側方取出量は有利に取出部分内での温度を介して制御される。一般には、蒸気分配を粗に例えば1:1の値に調節すれば十分である。また、液体分配も正確に制御ないしは調節する必要はない。これは固定の値に調節すれば十分である。その場合には一般に供給部分よりも取出部分に大量の液体を導入するのが望ましい。実験室規模の塔を用いた実験で判明したように、縦方向分割装置を有する塔の場合には、両者を意図的に1:1の最適ではない値に設定した蒸気及び液体分配においても、

縦方向分割装置を有しない通常の側方取出塔で達成されるよりもはるかに優れた生成物純度が得られる。

実施例

n-ヘキサン/n-ヘプタン/n-オクタン混合物の分離

この分離は内径50mmを有する保體加熱される充填塔で常圧で実施した。充填体としては直径5mmの金網リングを使用した。全塔高は2.20mでありかつ約50段の理論的分離段数が生じた。

下から数えて20段目と40段目の棚段の間に、垂直に配置された厚さ3mmのPTFEプラスチックから成る平坦な分離壁が存在し、該分離壁は塔を同じ表面積を有する2つの部分に分割していた。この範囲内の32段目の棚段の高さに液体のための供給位置並びに側方取出位置が設けられていた。塔の頂部並びに分離壁の上に、微力で作動する液体を分配するための旋回ホップが設置されていた。塔頂部における還流比は4:1であつた。縦方向分割装置の上で液体を量比2.5:1で取出部分と

供給部分とに分配した。

分離すべき混合物は n -ヘキサン、 n -ヘプタン及び n -オクタンの当モル混合物から成り、該混合物を 70°C の温度で 200 g/h の量で液状で蒸留塔に供給した。

塔頂生成物としては、 68°C で液体約 57 g/h が取出された。この液体はガスクロマトグラフィ分析によれば n -ヘキサン 99.9% を含有していた。塔底部 (126°C) からは、 99.9% を越える純度で n -オクタン約 76 g/h が得られた。約 98°C の温度で液状で取出された側方生成物 (約 67 g/h) は、 n -ヘプタン約 99.7% 、 n -ヘキサン約 0.3% 及び n -オクタン約 0.4% を含有していた。

熱力及び分離段数に匹敵する、縦方向分割装置を有しない側方取出塔の道跡計算によれば、同じ塔頂及び塔底生成物純度で側方取出物に関しては最大 $83\sim 85\%$ が達成可能であることが判明した。縦方向で分割された塔で得られたような 99.3% の純度は約 17 倍高い熱力を必要とした。

※ 図面の簡単な説明

第1図は本発明の分離装置を用いて3つの留分から成る物質混合物を純粋な留分に蒸留分解する塔の略示系統図、第2図は本発明の分離装置を用いて4つの留分から成る物質混合物を純粋な留分に蒸留分解する塔の略示系統図、第3図及び第4図は本発明の分離装置を用いて多数の留分から成る物質混合物を蒸留分離する塔の略示系統図である。

1 …… 塔、2 …… 分離装置、3 …… 供給部分、4 …… 取出部分、LS …… 低沸点物、MS …… 側方取出物、SS …… 高沸点物

特許出願人 バスフ アクチエンゲゼルシャフト
代理人 弁理士 田 代 誠 治

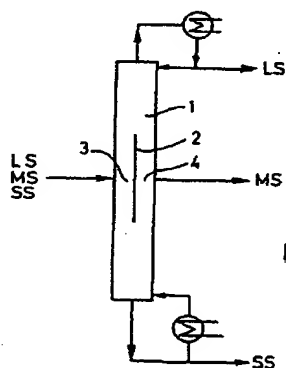


Fig. 1

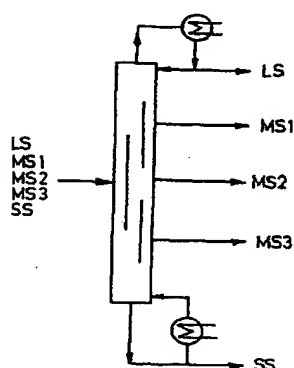


Fig. 3

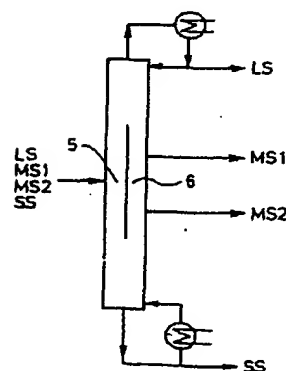


Fig. 2

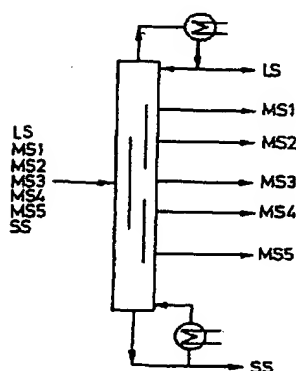


Fig. 4

手続補正書(自発)

昭和59年4月26日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

特願昭 59-10379 号

2. 発明の名称

多数の留分から成る供給物質を蒸留分解するための蒸留塔

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (908) バスフ アクチュンゲゼルシャフト

4. 代理人 〒103

住所 東京都中央区八重洲1丁目9番9号
東京建物ビル(電話271-8506 代表)

氏名 (6171) 弁理士 田代 源



特許請求の範囲

(1) 供給位置から蒸留塔に流入する多数の留分から成る供給物質を純粋な塔頂留分と、純粋な残留分と、塔頂留分と残留分の間の沸点範囲内にありかつ塔頂留分及び残留分による不純物不含であるか又は実質的に該不純物不含である多数の、有利には1種又は2種の中間沸点留分とに蒸留分解するための蒸留塔において、供給位置の下及び／又は上の蒸留塔の部分範囲に液体及び／又は蒸気流の横方向混合を阻止するために縦方向に作用する分離装置が配置されており、該分離装置が蒸留塔を供給物質が流入する供給部分と、中間沸点留分が流出する取出部分とに分割し、かつ縦方向に作用する分離装置が、取出部分で塔頂留分及び残留分による不純物不含の又は実質的に不含の中間沸点留分を取出することができる程の数の分離段にわたって配置されていることを特徴とする、多数の留分から成る供給物質を蒸留分解するための蒸留塔。

5. 補正により増加する発明の数 0

6. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄並びに発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

明細書中下記の補正を行う。

(1) 第1頁第4行～第3頁第8行の特許請求の範囲を別紙の通りに補正する。

(2) 第9頁第7～8行の「貫通せる分離板」を「連続分離板」と補正する。

(2) 充填塔又は充填物を有する塔において、分離装置が塔壁間の連続分離板として構成されている、特許請求の範囲第1項記載の蒸留塔。

(3) 多孔板棚段を有する塔において、塔壁が設けられており、その場合連続分離板の高さが2つの多孔板棚段の間の棚段間隔に等しい、特許請求の範囲第1項記載の蒸留塔。

(4) 1つ以上の下降管を有する棚段塔において、分離装置が塔壁間の連続分離板として構成されており、それにより個々の棚段間の室内及び下降管が分割される、特許請求の範囲第1項記載の蒸留塔。

(5) 多数の下降管を有する棚段塔において、分離装置が塔壁間の連続分離板として構成されており、それにより生じる各分室が少なくとも1つの下降管を備えている、特許請求の範囲第1項記載の蒸留塔。

(6) 分離装置が熱の透過を低下する材料から製作されている、特許請求の範囲第1項～第5項のい

ずれか1項に記載の蒸留塔。

(7) 分離装置が熱絶縁作用するように構成されている、特許請求の範囲第1項～第5項のいずれか1項に記載の蒸留塔。

(8) 分離装置が加熱及び／又は冷却能力を備えている、特許請求の範囲第1項～第5項のいずれか1項に記載の蒸留塔。